

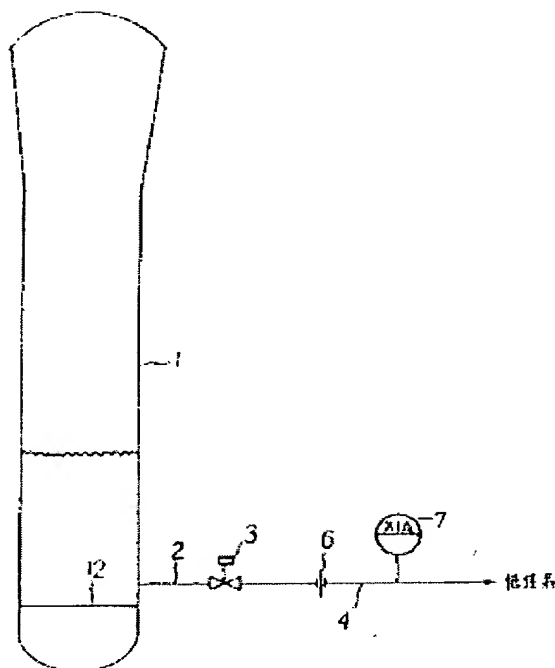
METHOD FOR DETECTING COAGULATED LUMP IN FLUIDIZED BED REACTOR

Patent number: JP3229633
Publication date: 1991-10-11
Inventor: AOKI MINORU; TAKADERA MASANOBU; SAITO YUZO
Applicant: SHOWA DENKO KK
Classification:
- international: B01J8/24; C08F2/00
- european: B01J8/24L
Application number: JP19900024334 19900201
Priority number(s): JP19900024334 19900201

Abstract of JP3229633

PURPOSE: To detect a coagulated lump in an early stage by providing a partition plate having a hole opened thereto to the draw-out line from the interior of a fluidized bed reactor and detecting the lowering of the flow rate of particles accompanying the closure of the coagulated lump in the partition wall by the particle detector provided to the certain draw-out line of the partition wall.

CONSTITUTION: A partition plate 6 provided with one hole or a plurality of holes is provided to the draw-out line 2 from a fluidized bed reactor 1. The lowering of the flow rate of particles accompanying the closure of a coagulated lump in the partition plate 6 is detected by the particle detector 7 provided to the certain draw-out line 4 of the partition wall 6. As a result, the coagulated lump in a fluidized bed can be detected in the particle draw-out line in an early stage without arranging any one in the fluidized bed.



Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

BEST AVAILABLE COPY

⑫ 公開特許公報(A)

平3-229633

⑤Int. Cl.⁵
B 01 J 8/24
// C 08 F 2/00

識別記号
3 2 1
MDB

庁内整理番号
8618-4G
7107-4J

⑬公開 平成3年(1991)10月11日

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全5頁)

⑭発明の名称 流動層反応器内における凝固塊の検知方法

⑯特 願 平2-24334

⑰出 願 平2(1990)2月1日

⑱発 明 者 青 木 稔 大分県大分市大字中の洲2 昭和電工株式会社大分工場内
⑱発 明 者 高 寺 雅 伸 大分県大分市大字中の洲2 昭和電工株式会社大分工場内
⑱発 明 者 斎 藤 悠 三 大分県大分市大字中の洲2 昭和電工株式会社大分工場内
⑲出 願 人 昭和電工株式会社 東京都港区芝大門1丁目13番9号
⑳代 理 人 弁理士 寺 田 實

明 細 書

1. 発明の名称

流動層反応器内における凝固塊の検知方法

2. 特許請求の範囲

(1) 流動層反応器内における凝固塊の存在有無を検知する方法であって、該反応器からの拔出しラインに1個又は複数の穴をあけた仕切板を設け、この仕切板での凝固塊の閉塞に伴う粒子流量の低下を仕切板のある拔出しラインに設けた粒子検知器で検知することを特徴とする流動層反応器内における凝固塊の検知方法。

(2) 仕切板として穴径が0.3~5cmである多孔板を用いることを特徴とする請求項1記載の流動層反応器内における凝固塊の検知方法。

(3) 凝固塊の検知を継続して行うための方法であって、該反応器からの拔出しラインに三方弁を設け、仕切板を三方弁の一方の出口ライン上に設置し粒子検出器による仕切板での凝固塊閉塞検知と連動して三方弁を切換え、閉塞した凝固塊を他の一方の出口ラインに排出した後、再度正規の抜

出しラインに戻して、凝固塊の検知を継続して行うことを特徴とする請求項1又は請求項2記載の流動層反応器内における凝固塊の検知方法。

(4) 凝固塊の検知を継続して行うための方法であって、仕切板の上流に間欠的に作動する排出弁を設け、粒子検知器による閉塞検知と連動して排出弁の作動を停止し、且つ三方弁を切換え、仕切板下流側から凝固塊除去系へ向けて高圧の不活性ガスで逆洗して、凝固塊を系外に排出させた後三方弁を正規の拔出しラインに戻し、次に排出弁を作動させ、凝固塊の検知を継続して行うことを特徴とする請求項1ないし請求項3記載の流動層反応器内における凝固塊の検知方法。

(5) 流動層反応器からの拔出しラインを、該反応器の分散板直上に設けることを特徴とする請求項1ないし請求項4記載の流動層反応器内における凝固塊の検知方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、流動層反応装置に係り、特にオレ

フィン類の流動層型気相重合反応器内における凝固塊の検知方法に関するものである。

〔従来の技術〕

オレフィン類の流動層型気相重合において、何らかの原因により凝固塊が発生すると、重合体の低い熱伝導度のために重合熱の除去が不十分となり局部ホットスポットを生じる。これは凝固塊の軟化を引き起こし重合体粒子が次々に付着して凝固塊が成長していく。この固体団塊は流動層下部の分散板の上に集まり、流動状態を不良とし、重合反応を停止しなければならないことに至ることがある。

従って凝固塊をできる限り小さいうちに検知し、運転条件を変える等の対策をとることが気相重合装置の長期安定運転に必要な不可欠である。

特開昭62-28961号公報では、流動層内部に放射線源そして反応器の外周に放射線検出器を配置し、凝固塊の成長によって生じた固体団塊の有無を検出器に達する放射線の減少を知ることによって検知する方法を提案している。

本発明に係る凝固塊の存在有無を検知する方法は、前記課題を解決するものであって次の様なものである。

第1図に示す如く流動層型反応器(1)からの拔出しライン(2)に設けた間欠的に作動する排出弁(3)以降の正規の拔出しライン(4)に1個又は複数の穴をあけた仕切板(6)を挟み込み流路を絞る。

反応器(1)内で凝固塊が発生しない時は排出弁(3)の作動と共に粒子及び少量のガスは、仕切板(6)を容易に通過し低圧系へ排出される。

しかし、反応器(1)内で凝固塊が発生すると仕切板(6)で流路が絞られているため凝固塊により閉塞し、排出弁(3)が作動しても粒子及び少量のガスはもはや低圧系には正常に排出されなくなる。

従って、拔出しライン(4)中で、粒子の流量を常時監視する検知器(7)を設けておくことによって反応器(1)内での凝固塊の生成を検知することができる。

又、特開昭62-272136号公報では、流動層内部の圧力変動を測定して周波数解析を行い、凝固塊の存在有無によってスペクトル波形が異なることを利用して検知する方法を提案している。

〔発明が解決しようとする課題〕

特開昭62-28961号公報の方法では、放射線源を使用する必要がある、安全上好ましくない。又流動層内部に放射線源を設置する必要がある、凝固塊発生の一因となると共に流動化ガス流を混乱させる。更に、本法は凝固塊の成長後に生じた比較的大きな固体団塊を分散板上で検出するので早期検出が困難である。

一方、特開昭62-272136号公報の方法では、流動層内部に圧力検出端を設置する必要がある、ファウリングによる凝固塊発生の一因となると共に流動化ガス流を混乱させるという問題がある。

本発明の課題は、流動層内部に何も設置せずに粒子の拔出しラインで流動層内の凝固塊を早期に検知するシステムを提案することである。

〔課題を解決するための手段〕

仕切板としては、スクリーン、金網、ネット、多孔板などが用いられる。穴径は、通常排出される粒子径の6倍以上であり、かつ凝固塊を比較的小さい径の間に検知するために気相重合反応器の場合は0.3~5cm径がよく、さらに好ましくは0.5~3cm径がよい。

仕切板の材質は炭素鋼、ステンレス鋼等の金属、テフロン等のプラスチック、セラミックスなどでよいが、要は製品品質にコンタミの問題を起こさなく、かつ必要な強度を有するものであればよい。

粒子の排出を検知する検知器(7)としては放射線、超音波、静電容量等を応用した計器を利用することができる。又、拔出しライン(2)は、凝固塊が通常分散板(12)直上に存在するため、分散板直上から拔出することが好ましい。

一方、本発明を継続して実施するためには仕切板(6)の上流に閉塞している凝固塊を自動的に除去し、復帰する必要がある。

そこで第2図に示す如く、拔出しラインに三方

弁(5)を設け、仕切板(6)を第3図に示すように三方弁内ボールの出口の直近に設置する。

これにより凝固塊は三方弁内部に主に集められる。粒子検知器で凝固塊の発生を検知すると共に三方弁を作動させて三方弁ボール内の流路を該反応器から凝固塊除去系(8)へつなぐと、仕切板(6)と三方弁内部のボールは直近にあるため凝固塊は仕切板(6)表面から離れ、ボールと共に動く。

その後、排出弁(3)を作動させると三方弁内部の凝固塊は凝固塊除去系へ除去される。

再び、三方弁(5)を仕切板(6)側に戻すことによって、継続して凝固塊を検知することができる。

尚、三方弁の切換えは、凝固塊の発生を検知後すみやかにモーター駆動又はエアー駆動で行うことがよい。

一方、仕切板上流の凝固塊を除去し、継続して凝固塊検知を行う方法として以下の方法もある。粒子検知器で凝固塊の発生を検知すると共に、排

ことがなく低圧系へ排出される。

しかし、反応器内で凝固塊が発生し仕切板の穴径より凝固塊径の方が大きくなると、凝固塊は仕切板の穴を通過できずに仕切板上流に捕束される。排出弁の作動と共に次々に凝固塊及び粒子が仕切板上流に蓄積され、ついには閉塞し、排出弁が作動してももはや低圧系へ粒子は排出されなくなる。

そこで、仕切板のある拔出しライン(4)に粒子の流量を常時検知する検知器(7)を設けておくと、反応器内で凝固塊が発生しない時は排出弁の作動と共に粒子の流量が把握できるが、凝固塊が発生すると徐々に仕切板は閉塞し、従って粒子の流量が減少していき、ついには排出弁が作動しても粒子が流れなくなる。

このような粒子流量の減少さらに粒子が流れないことを検知することによって、反応器内での凝固塊発生の有無を検知できる。

〔実施例〕

実施例1

出弁(3)の作動を停止し、次に三方弁を作動させて三方弁ボール内の流路を低圧系への拔出しライン(4)から凝固塊除去系への拔出しライン(8)へつなぐ。その後、低圧系への拔出しライン中に設けた縁切弁(9)を閉とし、高圧の不活性ガスの元弁(10)を一定時間開とすることによって三方弁内の凝固塊を凝固塊除去系に不活性ガスで逆に洗浄し除去する。

弁(10)閉、弁(9)開後、三方弁(5)を作動させて三方弁ボール内の流路を再び該反応器から低圧系への拔出しライン(4)に戻し、継続して凝固塊を検知することができる。

尚、この場合、仕切板(6)は三方弁内ボール出口直近に必ずしも設置する必要はなく、三方弁と不活性ガスの注入場所(11)の間、好ましくは三方弁と粒子検知器の間に設置すればよい。

〔作用〕

反応器内で凝固塊が発生していない時は、排出弁(3)の作動と共に粒子及び少量のガスは仕切板の穴径が粒子径よりも十分大きいため閉塞する

第2図に示すような流動層型反応器において、圧力10kg/cm²・G、温度60℃の条件でプロピレンの重合を行った。ポリマー粒子の拔出しラインの内径は40mmであり、途中に40mm径の排出弁と50mm径の三方弁を設け、三方弁内ボール出口直近に第4図に示すような1cm径の穴を9個あけた厚み5mmのステンレス製鋼の多孔板を挟み、その下流に静電容量方式の粒子検知器を設置した。

重合器内に凝固塊が発生していない時は排出弁の作動と共に平均粒径500μのポリプロピレン粒子及び少量のプロピレンガスが仕切板で閉塞せずに低圧系へ排出された。

しかし、重合器内に1cm径以上の凝固塊が発生すると、仕切板で捕束され粒子の流量が減少し、ついには流れなくなることを粒子検知器で把握した。

次に三方弁を作動させ、排出先を凝固塊除去系へ変えてから排出弁を作動させると、凝固塊は三方弁内から除去されたので、再び三方弁を元の低圧系へ戻して重合器内の凝固塊検知を継続した。

実施例 2

実施例 1 と同様の設備を用いて仕切板での凝固塊による閉塞物を以下の如く除去し、凝固塊の検知を継続して行った。第 2 図に示すように、粒子検知器で仕切板での閉塞を把握した後、排出弁を停止し、次に三方弁を作動させ正規の拔出しライン (4) から凝固塊除去系 (8) へ切換えた。

仕切板下流の拔出しラインに設けた 40mm 径の縁切弁 (9) を閉とした後、7 kg/cm²・G の窒素ガスを用いて 10 秒間逆に洗浄し、三方弁内の閉塞物を凝固塊除去系に除去した。

その後、三方弁を正規の拔出しラインに戻し、排出弁を作動させて重合器内の凝固塊検知を継続した。

〔発明の効果〕

本発明により、流動層反応器内における凝固塊の発生を比較的小さな径の段階で検知することができ、反応条件の健全性を常時チェックできる。さらに、初期の段階で凝固塊の発生を検知できるため、運転条件にすみやかにフィードバックし、

反応停止に至るような固体団塊に成長することを防ぐことが可能である。

従って、流動層型気相重合装置の長期連続運転に大きく寄与できる。

4. 図面の簡単な説明

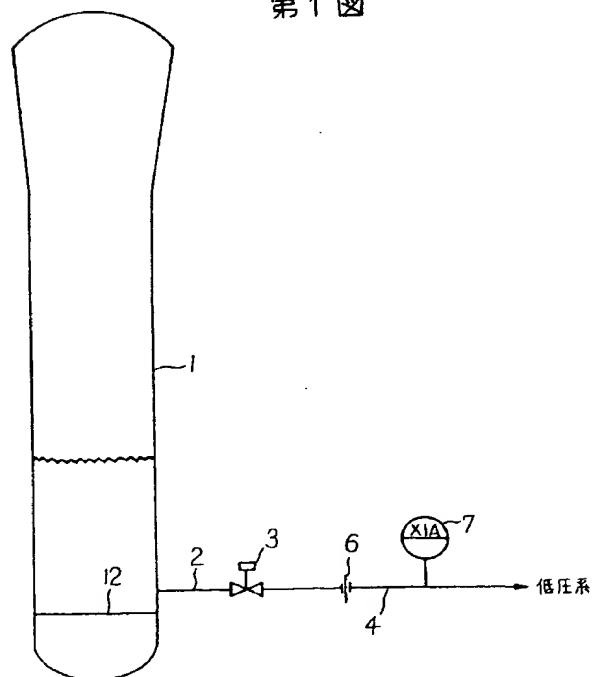
第 1 図は本発明の一例を模式的に示した図、第 2 図は本発明を実施するのに適した装置の該略図、第 3 図は三方弁及び仕切板の設置状態の一例を示した断面図、第 4 図は仕切板の平面図としての一例を示す。

- 1 …… 流動層型反応器
- 2 …… 拔出しライン
- 3 …… 排出弁
- 4 …… 低圧系への拔出しライン
- 5 …… モーター駆動の三方弁
- 6 …… 仕切板
- 7 …… 粒子検知器
- 8 …… 凝固塊除去系への拔出しライン
- 9 …… 縁切弁
- 10 …… 不活性ガスの元弁

11 …… 不活性ガスが拔出しラインに入る位置

12 …… 分散板

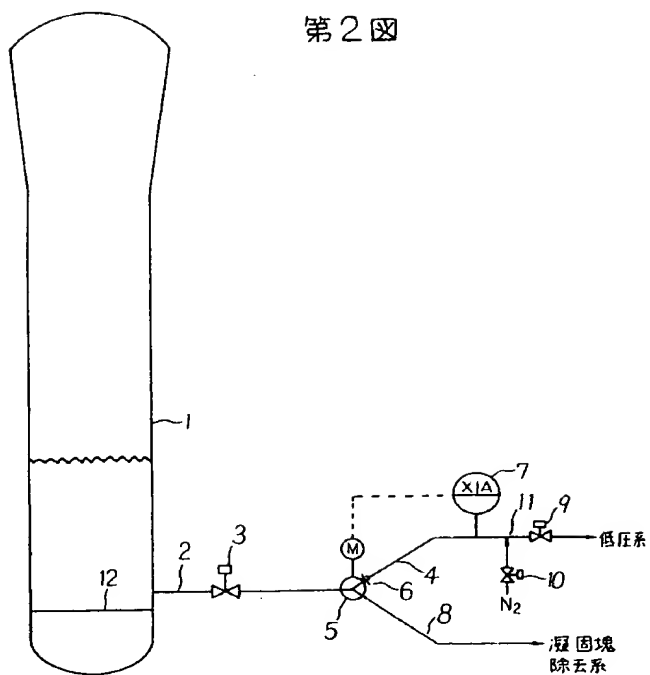
第 1 図



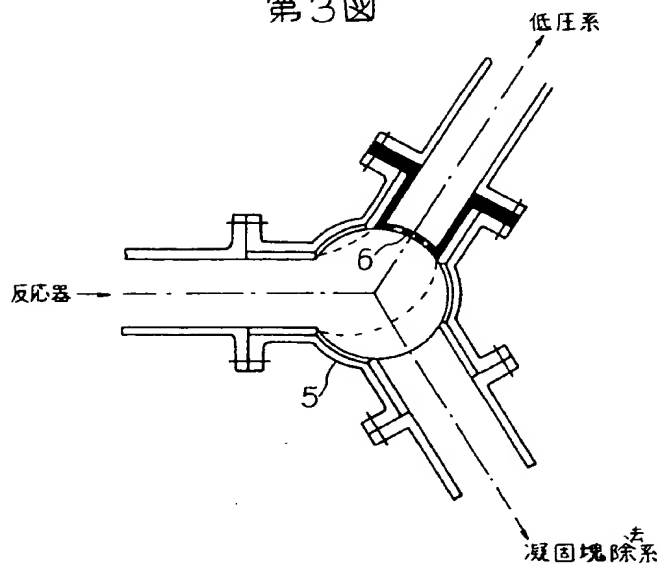
特許出願人 昭和電工株式会社

代理人 弁理士 寺田 實

第2図



第3図



第4図

